

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI  
(c) 2002 Thomson Derwent. All rts. reserv.

009806380

WPI Acc No: 1994-086235/ 199411

XRAM Acc No: C94-039614

**Fullerene(s) prodn. under stabilised conditions - by adding to raw material for heat plasma and carbon-contg. cpd. to effect decomposition, controlling speed of plasma gas supply, cooling reaction gas and sepg. prods.**

Patent Assignee: MITSUI ENG & SHIPBUILDING CO (MITB )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 6032606	A	19940208	JP 92188077	A	19920715	199411 B

Priority Applications (No Type Date): JP 92188077 A 19920715

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 6032606	A	7		C01B-031/02	

Abstract (Basic): JP 6032606 A

Method comprises (a) introducing a raw material for heat plasma and carbon contg. cpd. into a heat resistant material, to heat and decompose the carbon contg. cpd., (b) controlling the speed of the plasma gas supply, the speed of the carbon contg. cpd. supply, and the energy supply so that the C contg. cpd. remains in a predetermined temp. range for a predetermined time, (c) cooling the reaction gas to collect the solid content and (d) sepg. the fullerenes from the collected material.

USE/ADVANTAGE - The raw material can remain in the optimal reaction temp. region for an optimal length of time. Fullerenes can be synthesised without supplying excess O<sub>2</sub> or without supplying O<sub>2</sub> at all. The fullerenes can be produced under stabilised conditions and continuously for a long time.

Dwg. 0/4

Title Terms: PRODUCE; STABILISED; CONDITION; ADD; RAW; MATERIAL; HEAT; PLASMA; CARBON; CONTAIN; COMPOUND; EFFECT; DECOMPOSE; CONTROL; SPEED; PLASMA; GAS; SUPPLY; COOLING; REACT; GAS; SEPARATE; PRODUCT

Derwent Class: E36; L02

International Patent Class (Main): C01B-031/02

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): E05-U; E11-Q; L02-F05; L02-H04; L03-D

Chemical Fragment Codes (M3):

\*01\* G000 G830 M280 M320 M415 M424 M510 M520 M530 M541 M720 M782 M903  
M904 N104 N164 N515 Q431 Q453 R23754-M R23754-P R23755-M R23755-P  
90000 90001

Ring Index Numbers: 90000; 90001

Specific Compound Numbers: R23754-M; R23754-P; R23755-M; R23755-P

(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-32606

(43)公開日 平成6年(1994)2月8日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>  
C 0 1 B 31/02識別記号 庁内整理番号  
1 0 1 Z  
Z A A

F I

技術表示箇所

(21)出願番号 特願平4-188077

(22)出願日 平成4年(1992)7月15日

(71)出願人 000005902

三井造船株式会社  
東京都中央区築地5丁目6番4号(72)発明者 入江 隆博  
千葉県市原市八幡海岸通1番地 三井造船  
株式会社千葉事業所内(72)発明者 村田 勝英  
千葉県市原市八幡海岸通1番地 三井造船  
株式会社千葉事業所内(72)発明者 松本 正文  
千葉県市原市八幡海岸通1番地 三井造船  
株式会社千葉事業所内

(74)代理人 弁理士 重野 剛

最終頁に続く

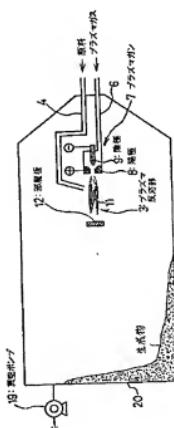
(54)【発明の名称】 フラーレン類の製造方法

## (57)【要約】

【目的】 フラーレン類の製造効率を向上する。  
 【構成】 プラズマガス<sup>7</sup>から発生された熱プラズマ<sup>1</sup>1中に、ベンゼンやCS<sub>2</sub>などの含炭素化合物原料がキャリアガスと共にノズル<sup>4</sup>に連続的に供給され、耐熱材料製の邪魔板<sup>12</sup>を設けたプラズマ反応部<sup>3</sup>で反応してフラーレン類およびスズ等が生成する。この生成物が冷却され、チャンバ<sup>20</sup>内において捕集される。ガス原料はそのままキャリアガスと共に供給される。フラーレン類の生成に好適な温度及び時間だけ原料が邪魔板<sup>12</sup>の周囲の反応域に滞留するように原料やプラズマガスの供給量、エネルギー投入量を制御する。

【効果】 フラーレン類の生成効率が極めて高く、長時間に亘って安定してフラーレン類の製造を行なうことができる。

第1図



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 耐熱材料製の部材に熱プラズマ及び含炭素化合物の原料を導入して該含炭素化合物を加熱・分解させ、この際、含炭素化合物が所定の温度範囲に所定時間滞在するようにプラズマガスの供給速度、含炭素化合物の供給速度及びエネルギー供給量を制御し、この反応ガスを冷却して固形分を捕集し、この捕集物よりフラー・レン類を分離することを特徴とするフラー・レン類の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はフラー・レン類を効率良く製造する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 フラー・レン類は  $C_{10}$ 、  $C_{10}$  などの高炭素数の閉じたかご状の炭素同素体である。  $C_{10}$  は切頭正 2 0 面体のサッカーボール様の分子構造を有したものである。

【0003】 従来のフラー・レン類の製造方法には、黒鉛を蒸発（例えばレーザー照射による気化、高電流密度の抵抗加熱による気化、黒鉛電極間アーカ放電発生等による気化）させ、生成した炭素ガスを冷却する方法が知られている。

【0004】 フラー・レン類の製造方法の別の従来法としてベンゼン/ $O_2$  /  $Ar$  予混合ガスを低圧下で燃焼させ、生成したガスを冷却する方法がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 前者のフラー・レン類の製造方法には、導電性的固体黒鉛（気化分解熱が大きく、気化温度が高い）を用いなければならず、蒸発速度が低く、さらにエネルギー効率が低い（1%未満）という問題がある。また、連続的な原料供給が困難であるという問題もある。

【0006】 後者のフラー・レン類の製造方法においては、温度条件の制御幅が定燃焼温度範囲に限られ、燃焼到達温度が 1800 K 程度のため、原料の完全な熱分解は困難である。また、必要以上に  $O_2$  を供給すると、燃焼により損失する原料量が増え、さらに生成したフラー・レン類を酸化分解する恐れもあり、加熱（定燃焼）に必要な  $O_2$  量とのバランス・最適化が困難であるという問題がある。

【0007】 従って、これらの従来法はフラー・レン類の大規模製造法としては不向きである。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明のフラー・レン類の製造方法は、耐熱材料製の部材に熱プラズマ及び含炭素化合物の原料を導入して該含炭素化合物を加熱・分解させ、この際、含炭素化合物が所定の温度範囲に所定時間滞在するようにプラズマガスの供給速度、含炭素化合物の供給速度及びエネルギー供給量を制御し、この反応ガ

スを冷却して固形分を捕集し、この捕集物よりフラー・レン類を分離することを特徴とするものである。

【0009】 以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

【0010】 本発明において、熱プラズマを発生させる方法としては、特定種のプラズマガスを加熱電離する方法が好ましい。具体的には直流アーカ放電プラズマジェット式プラズマガン機構や、100 kHz ～ 1000 kHz 程度の高周波誘導熱プラズマ発生機構が例示される。

【0011】 なお、直流アーカ放電プラズマジェット発生機構と高周波誘導熱プラズマ発生機構を併用して熱プラズマを発生させるようにも良い。この場合、広い容積にわたって原料供給速度の変化に対して安定な熱プラズマを発生でき、フラー・レン類を高速度で大量に合成できる。

【0012】 このプラズマガスとしては、He, Ar, または  $He/H_2$  ,  $Ar/H_2$  ,  $He/O_2$  ,  $Ar/O_2$  ,  $He/Ar/H_2$  ,  $He/Ar/O_2$  ,  $He/Ar/H_2/O_2$  が好ましい。このガスを適切な手段を用いて加熱電離させ、熱プラズマを発生させる。熱プラズマの最高到達温度は 2000 K 以上、好ましくは 3500 ～ 15000 K がよい。

【0013】 热プラズマ中に供給された原料は、フラー・レン類の生成に適するように、一度 2000 K 以上、好ましくは 2500 K 以上まで加熱された後、放熱される。この時、1300 K 以上の温度域に 1 ～ 500 m s, 好ましくは 2500 ～ 1300 K の温度域に 10 ～ 100 ms 滞在させるようになる。

【0014】 この熱プラズマよりなるプラズマ反応部の内圧は 1 ～ 300 Torr に保たれるのが好ましい。

【0015】 ところで、この熱プラズマ中に含炭素化合物原料を供給して加熱・反応させ、生成物を冷却することによるフラー・レン類の製造方法においては、熱プラズマを発生させるのに用いるガス（プラズマガス）の流量が多い場合等、供給した原料が十分加熱されないうちに流出し、完全なプラズマ反応が起こらずフラー・レン類の収率が下りやすいという問題があり、逆に長時間高温に置くと加熱されすぎ、フラー・レン類が合成できず、収率が低下するおそれがある。また、反応部の温度が計測できないと温度制御の目安がなく、制御因子もわかりにくい。

【0016】 このような問題を解決すべく、本発明では、耐熱材料製反応部材に、原料及び熱プラズマを導入して反応させ、その際に原料が所定の温度範囲に所定時間滞在するように、プラズマガス及び原料供給速度とプラズマ発生の供給エネルギーを制御するようにしている。この反応部材としては、例えば円筒状のものが使える。この制御のために、高温用熱電対やバイロメータなどの温度モニタによって反応域の温度を検知し、プラズマガス、原料の供給速度及びエネルギー投入量を制御

する。また、前記耐熱材料製の反応用円筒の形状、大きさ、肉厚、材質等を選定することによってこの制御を行なっても良い。

【0017】さらに、該反応用円筒に加熱手段や冷却手段を設け、これによって反応域の温度制御を行なっても良い。

【0018】なお、該耐熱材料製反応用円筒の代わりに耐熱材料製の邪魔板を1枚ないし複数枚設け、上記の温度及び滞在時間を制御しても良い。この制御のために必要があれば、高温用熱電対などの温度モニタによって該邪魔板の温度を検知して反応部の温度を見積る。反応部温度が計測できると、温度制御の目安となり、制御因子もわかりやすい利点がある。なお、必要に応じ、反応用円筒や邪魔板に付着した反応生成物を採取等によって除去する。また、円筒や邪魔板といついくつかの形状の部材を併用してもよい。

【0019】この熱プラズマ中に供給される含炭素化合物原料としては、炭素を原子数比で全体の6.5%以下含有する化合物であることが好ましい。これらは一般に、含炭素化合物原料の内でも完全な熱分解が比較的容易で、安価な原料であるため、高い効率でフラー-レン類を安価に合成できる。

【0020】具体的には、該原料としては、有機物の場合は次のような化合物が好ましい。

【0021】ベンゼン、ピリジン、シクロベンタジエン、ビロール、フラン、チオフェン等の單環の芳香族化合物および複環芳香族化合物、もしくはそれらのメチル、ヒドロキシ、またはメルカブト置換体、ナフタレン、キノリン、インデン、インドール、ベンゾフラン、ベンゾチオフェン、アントラゼン、アクリジン、フェナントレン、フェナントリジン、フルオレン、カルバゾール、ジベンゾフラン、ジベンゾチオフェン、アセナフチレン、ビレン、フルオラテン等の結合多環芳香族化合物および結合多環複素芳香族化合物、もしくはそれらのメチル、ヒドロキシ、またはメルカブト置換体、ビフェニル、2', 2'-(または4, 4')-ビピリジン、o-(またはm-もしくはp-) テルフェニル等の多環系環合芳香族化合物および多環系環合複素芳香族化合物、もしくはそれらのメチル、ヒドロキシ、またはメルカブト置換体、o-(またはp-) ベンゾキノン、1, 4-ナフタキノン、9, 10-アントラキノン、9-フーリオレノン等の芳香族ケトンおよびキノン、もしくはそれらのメチル、ヒドロキシ、またはメルカブト置換体、エチレン、1-ブテン、1, 3-ブタジエン、アセチレン、1-ブチノン、1, 3-ブタジエン等の不飽和脂肪族炭化水素、もしくはそらのメチル、ヒドロキシ、またはメルカブト置換体、メタン、エタン、プロパン、n-(またはイソ) ブタン、n-(またはイソもしくはネオ) ベンタン、n-ヘキサン、シクロヘキサン、n-ヘプタン、n-オクタン等の飽和脂肪族炭化水素、もしく

はそれらのメチル、ヒドロキシ、またはメルカブト置換体。

【0022】また、無機物では、CS<sub>2</sub>、CO等が該原素として好ましい。特にCS<sub>2</sub>の場合、有機物の場合に必須な脱水素反応を経ることなく極めて容易に熱分解され、フラー-レン類が合成できる。H<sub>2</sub>が含まれないプラズマガスによるフラー-レン類の合成では、無機物原料の場合、有機物の副生成がないので、生成物からのフラー-レン類の分離精製が容易である。

【0023】上述の原料は、一般に、含炭素化合物のうちでも完全な熱分解が比較的容易で、しかも気体であるか又は原料供給時に簡単に気化させて連続供給できる安価な原料であるため、高い効率でフラー-レン類を安価に合成できる。

【0024】以上の含炭素化合物原料は、単独で、または2種以上を組合せて用いる。

【0025】熱プラズマ中で分解によって生じた炭素がクラスタ化し、フラー-レン類が生成する。このフラー-レン類を含む生成物は、冷却され、固体分として捕集される。

【0026】反応生成物を含むガスの冷却方法としては、プラズマガス/反応生成物の自然放冷もしくは断熱膨張によるもの；低温のHe、N<sub>2</sub>、およびArなどのいずれかもしくは混合された不活性ガス(液化ガスを含む)をプラズマガス/反応生成物に加えることによるもの；熱交換冷却たとえば水冷壁へのプラズマガス/反応生成物の接触によるものなどがある。この際、生成したフラー-レン類の変性や未凝固による流出を防ぐため、できるだけ迅速に400°C以下、好ましくは100°C程度以下まで冷却前で冷却する。冷却に必要な排熱量は、プラズマガスおよび原料供給速度とプラズマ発生のための供給エネルギーの大きさに依存する。

【0027】こうして冷却・固化された生成物は捕集手段(例えば捕集壁および、またはバグフィルタなど)により捕集される。放冷や熱交換によって冷却する場合は、冷却手段と捕集手段とを兼ねることもできる。また、プラズマガンや反応部をチャンバーに収容する場合、該チャンバー内壁を冷却捕集容器として用いることもできる。

【0028】生成物が捕集手段で完全に捕集されるようになるのが好ましい。このためには、捕集手段におけるガスの流速が好ましくは1m/s以下になるように捕集手段の形状を定める。なお、プラズマ反応の過程で、多くの場合副生成物として有機物やスラスなどが生じ、この場合はフラー-レン類とこれらとの混合物が捕集される。捕集された生成物の分離法には、生成物の再加熱・揮発ガスの再冷却による逆昇華、フラー-レン類が可溶な溶媒による抽出などがある。これらは適宜組合せて用いても良い。

【0029】なお、特に抽出の場合のように、高温でフ

ラーレン類を変質させる恐れがある溶媒等を使用して分離する場合は、原料供給系からプラズマ発生系、プラズマ反応部、冷却系、捕集系に至る経路と、この分離系とを完全に隔離して操作することが好ましい。この時、あらかじめ機械的に脱離させ、脱離した生成物を気密・隔離された抽出器まで移送してから行なうとよい。逆昇華の場合も、まず機械的に脱離させ、気密・隔離された逆昇華器まで移送させた後行なうのが好ましい。

【0030】逆昇華によってラーレン類を分離する場合は、He、N<sub>2</sub>、およびArなどのいずれかもしくは混合された不活性ガスの雰囲気下において適切な温度まで加熱した後、揮発ガスを冷却して回収する。この加熱温度は、例えば10<sup>-4</sup> Torrでは400°C程度以上、常圧では500°C程度以上が好ましい。また冷却温度は100°C以下が好ましい。

【0031】また、抽出によってラーレン類を分離する場合は、溶媒として生成ラーレン類を化学変化させずによく溶解する揮発性の溶媒、例えば炭素数10以下の液状の飽和もしくは不飽和炭化水素、ベンゼン、トルエン、CS<sub>2</sub>、ビリジンなどを用いるのが好ましい。

【0032】抽出器としては、バッテ式抽出器、例えばソックスレー抽出器などを用いることができる。この時、加熱や超音波照射等で抽出を速めることもできる。これらの場合では、ラーレン類は副生成物のススなどから分離して回収される。

【0033】この後、必要があればラーレン類を液体クロマトグラフィーまたは超臨界流体クロマトグラフィー等によって単離し、精製する。

【0034】以上のラーレン類の合成方法において、原料供給系からプラズマ発生系、プラズマ反応部、冷却系、捕集系に至る経路内は、全て外気から遮断されている。外気と遮断するには、第1図のように、真空ポンプ19によって排気されたチャンバ20内に、該経路の部材全体または主要部分を設置すればよい。なお、該経路内だけを配管系として構成し、外気から遮断しても良い。

#### 【0035】

【作用】本発明のラーレン類の製造方法によると、含炭素化合物原料が熱プラズマ中で必要なだけ且つ十分に加熱され、ラーレン類の合成に適する温度に適した時間だけ滞留される。これらの原料は黒鉛に比べて分解温度が低く分解速度が速いので、熱プラズマ中の滞在時間内で充分に加熱・分解でき、エネルギー効率よく迅速にラーレン類を合成できる。さらに、原料の加熱・分解を燃焼によって行なう方法と異なり、過剰なO<sub>2</sub>を供給せずに、あるいは全くO<sub>2</sub>を供給せずにラーレン類を合成できる。このようなことから、ラーレン類の大量製造法として、極めて有効である。

#### 【0036】

#### 【実施例】

#### 実施例1

第1図は、直流アーカ放電プラズマジェットによって熱プラズマを発生させるラーレン類の製造方法を示す絶縁面図である。

【0037】プラズマガス供給管6が接続されたプラズマガン7は円筒状陽極（銅または黒鉛）8と中央の陰極（タングステンまたは黒鉛）9からなる。前述のプラズマガスが陰極9から陽極8方向に流れ、十分に混合される。陽極8と陰極9の間に直流電圧を印加しアーカ放電させて、陽極8の下流に熱プラズマのジェット11を生ぜしめる。両極は損耗しないよう水冷する。この下流に連続的に含炭素化合物原料をキャリアガスと共に原料供給ノズル4から供給し、その下流側にプラズマ反応部3を設けて反応させる。プラズマガン7はチャンバ20内に配設されている。チャンバ20内は排気ポンプ19により排気されている。

【0038】陽極8から約30cm下流の位置に5cm角のα-炭化珪素（SiC）や黒鉛などの耐熱材料製の邪魔板12を設置し、これに原料/プラズマジェットを20当てる。

【0039】該邪魔板12はプラズマ加熱されるため、その周囲を熱輻射によって加熱するヒータとして働き、周囲に好適な温度のプラズマ反応場を形成する。この時、反応中の原料が1300K以上の温度域に1~500ms、好ましくは2500~1300Kの温度域に10~100ms滞在するように、プラズマガン7の供給電力、及びプラズマガス供給量を定める。邪魔板12の温度を熱電対で検出すること等によってプラズマ反応場の温度をモニタし、適切な範囲にあるようにプラズマ条件を制御する。邪魔板12は複数枚設けても良い。邪魔板12の配置を適正化することによってラーレン類の生成効率を最適化できる。生成物はチャンバ内壁に付着する。

【0040】第1図の装置において、原料としてベンゼンを3ミリリットル/minの速度でHeをキャリアガス（流量2リットル/min）として原料供給系から供給した。このベンゼンは、ヒータ式予熱器で80°Cに予熱され、気化されて、ノズル4に供給され、プラズマガン7の約2cm下流にて熱プラズマ11中へ供給される。

【0041】プラズマガスとしては、Arを20リットル/min、Heを20リットル/minの割合で供給した（以上、流量は全て常温常圧換算）。

【0042】その他の主な条件は次の通りである。

#### 【0043】

プラズマガン電力 25~40kW (水冷損失)

反応部内圧 55 Torr

反応部温度 1200~1500K

プラズマジェット内原料滞在時間 約1ms

50 その結果、30minの原料供給でスラグ物質（合

$C_{10}$ 、 $C_{10}$ ) 約30 gが容器1 3の内面に付着・生成した。この生成物をかき出し、トルエン抽出したところ、その内のジエチルエーテル不溶成分(フーラレン $C_{10}$  +  $C_{10}$ )は最多時の試行で約0.2 gであった。

【0044】第2図に該不溶成分のトルエン溶液中における紫外-可視吸収スペクトルを示す。該不溶成分のスペクトルは、314 nm, 334 nm, 363 nm, 381 nm, 407 nmにピークもしくはショルダを、また460~480 nm付近になどらかなピークを持ち、参照データの標準試料の $C_{10}$ と $C_{10}$ のスペクトルとの間になっていることがわかる。

【0045】また、第3図に該不溶成分の電子衝撃イオン化マススペクトルを示す。 $C_{10}$ および $C_{10}$ のそれぞれの1価および2価陽イオンの質量数/電荷に相当する720、360( $C_{10}$ )および840、420( $C_{10}$ )のピークが見られる。これらより、フーラレン $C_{10}$ および $C_{10}$ が合成されたことが確認された。

#### 【0046】比較例1

実施例1において、上述の邪魔板1 2を設置しなかった場合は、熱プラズマの発光部の周囲温度が、邪魔板1 2を設置した場合に比べ、より大きな温度勾配で低下することがわかった。(なお、この測定は、周囲に位置を変えて熱電対を設け、付近の温度分布を求める方法によった。) 例えば、熱プラズマ中、温度が~1500 Kの点の近傍において、1300 K以上の温度域の容積は、邪魔板が該位置に1枚設置された場合の方が、邪魔板がない場合に比べ、より大きかった。この場合、邪魔板がある場合の方が、フーラレン類の生成に適する温度域が広くなることがわかった。また、生成する $C_{10}$  +  $C_{10}$ の量(トルエン抽出物中のエーテル不溶物)は、実施例1と同一の条件下では、30分間で0.05 g止まりであった。

#### 【0047】実施例2

第4図は、フーラレン類の生成方法の別の実施例を示す縦断面図である。この実施例は、プラズマガソン7の下流に反応筒3 4を設ける。この反応筒3 4は、黒鉛、S 1 C等の耐熱材料製である。

【0048】この反応筒3 4は熱プラズマの保温壁として働き、好適な温度のプラズマ反応部3を形成する。この反応筒3 4においては、熱プラズマの入射する入口内側からのプラズマ加熱と外側への放冷のバランスによって、その温度分布が定まる。フーラレン類を生成させるため、反応中の原料が1300 K以上の温度域に1~500 ms、好ましくは2500~13000 Kの温度域に1~100 ms滞在するように、プラズマガソン7の供給電力、プラズマガス供給量、及び反応筒3 4の長さ、直径、肉厚を定める。反応筒3 4の温度を熱電対で検出

すること等によって、反応筒3 4の内部におけるプラズマ反応場の温度をモニタし、適切な範囲にあるようにプラズマ条件を制御する。

【0049】さらに必要がある場合は、第4図に示したように、反応筒3 4の外周の一部又は全面に、外部温度制御による温度制御器3 4 aを設置しても良い。この時、温度制御器は、反応筒の温度が高すぎる場合には冷却器として、また、低すぎる時はヒータとして働く。また、反応筒3 4の一部分を冷却し、他の一部分を加熱することによって、フーラレン類の生成に適する温度分布を設定しても良い。実施例1と同一の条件で、温度制御器3 4 aで反応筒を1700°Cに保って製造を行なった所、30分間で $C_{10}$  +  $C_{10}$ が0.3 g生成した。

【0050】なお、必要があれば、定期的に耐熱材料製の剥離器によって反応筒3 4の内面に付着する生成物(フーラレン類が混入している場合もある。)を搔き取る。

【0051】第4図の反応筒3 4と、第1図に示したような1枚又は複数枚の邪魔板1 2を組み合わせて用いること、フーラレン類の生成に適する温度域を確実に形成できる。

#### 【0052】

【発明の効果】以上通り、本発明のフーラレン類の製造方法によると、原料を最適反応域に最適時間滞留させ得ると共に、過剰なO<sub>2</sub>を供給せずに、あるいは全くO<sub>2</sub>を供給せずにフーラレン類を合成できる。従って、フーラレン類を安定して製造でき、しかも長期間に亘って連続製造することが可能である。

#### 【面図の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例方法に用いられるフーラレン類製造装置の縦断面図である。

【図2】本発明の実施例における生成フーラレン類の分析結果(トルエン溶液の紫外-可視吸収スペクトル)である。

【図3】本発明の実施例における生成フーラレン類の別の分析結果(電子衝撃イオン化マススペクトル)である。

【図4】別の実施例方法に用いられるフーラレン類製造装置の縦断面図である。

#### 【符号の説明】

7 プラズマガソン

8 防極

9 障極

12 邪魔板

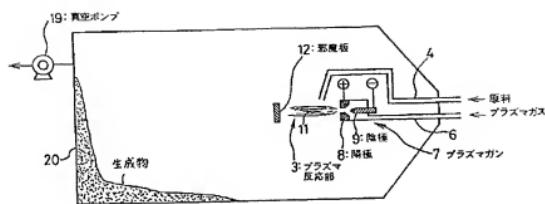
19 排気ポンプ

20 チャンバ

34 反応筒

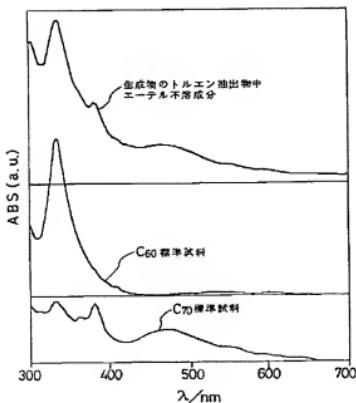
[図 1]

第 1 四



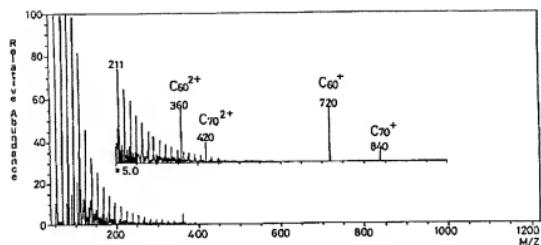
【图2】

第 2 図



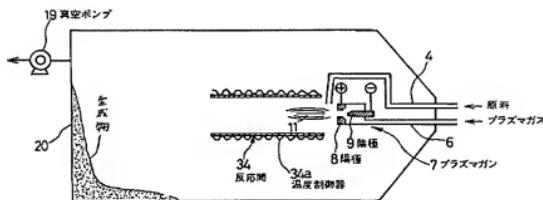
【図3】

第3図



【図4】

第4図



フロントページの続き

(72)発明者 八田 直樹

千葉県市原市八幡海岸通1番地 三井造船  
株式会社千葉事業所内